

⑥

Int. Cl.:

B 01 I, 3/00

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES  PATENTAMT

⑦

Deutsche Kl.: 42 I, 13/01

⑩  
⑪

# Offenlegungsschrift 2023 395

⑫  
⑬  
⑭

Aktenzeichen: P 20 23 395.8

Anmeldetag: 9. Mai 1970

Offenlegungstag: 25. November 1971

Ausstellungsriorität: —

⑮ Unionspriorität  
⑯ Datum: —  
⑰ Land: —  
⑯ Aktenzeichen: —

⑯ Bezeichnung: Gefäß mit Entnahmeverrichtung für lufempfindliche und/oder feuchtigkeitsempfindliche Flüssigkeiten

⑯ Zusatz zu: —

⑯ Ausscheidung aus: —

⑯ Anmelder: Schering AG Berlin und Bergkamen, 1000 Berlin

Vertreter gem. § 16 PatG: —

⑯ Als Erfinder benannt: Arnold, Wolf-Dietrich, 1000 Berlin;  
Müller, Karl Heinz, Dipl.-Chem. Dr., 4712 Werne

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

DT 2023 395

SCHERING AG  
Patentabteilung  
Dr. Wallis/Hn.

29. April 1970

Gefäß mit Entnahmeverrichtung für luftempfindliche und/oder feuchtigkeitsempfindliche Flüssigkeiten

Für Flüssigkeiten, die luft- und/oder feuchtigkeitsempfindlich sind, gibt es bereits Transport- bzw. Vorratsgefäße und Entnahmeverrichtungen. Diese Einrichtungen waren aber entweder sehr unhandlich oder sie konnten Veränderungen der aufbewahrten Flüssigkeit bei wiederholter Entnahme nicht verhindern.

Es wurde nun ein Gefäß mit Entnahmeverrichtung für luftempfindliche und/oder feuchtigkeitsempfindliche Flüssigkeiten, insbesondere für Lösungen von Aluminiumalkylverbindungen, gefunden, bestehend aus

- I) dem eigentlichen Gefäß, welches besteht aus
  - a) einer Flasche (1), insbesondere einer Glasflasche, mit einer Verengung an der Öffnung,
  - b) einen in die Öffnung eingerasteten Stopfen aus Kunststoff (2), der eine konisch auslaufende Bohrung und eine dünne Verschlußschicht besitzt, welche bei der ersten Entnahme durchstoßen wird,
  - c) einer Schraubkappe (3),
  - d) einem verschließbaren, bruchsicheren Transportgefäß (4) mit geeignetem Füllmaterial (5) und
- II) der Entnahmeverrichtung, die besteht aus
  - a) einer Dreiringspritze (6) und
  - b) einer Injektionsnadel (7), die der konischen Stopfenbohrung und der Flaschenlänge angepaßt ist und die mit der Dreiringspritze verbunden ist durch
  - c) ein Verbindungsstück (8), das gegebenenfalls einen Absperrhahn (9) besitzt.

Die erfindungsgemäße Kombination ermöglicht sowohl einen sicheren Transport als auch eine leichte und gefahrlose Handhabung, was insbesonders bei aluminiumorganischen Verbindungen und deren Lösungen von großer Bedeutung ist, sowie eine gleichbleibende Qualität der betreffenden Flüssigkeit. Die neue Vorrichtung ermöglicht erstmalig den Versand von Aluminiumalkyl-Lösungen in Glasflaschen und erleichtert das Hantieren in Laboratorien. Besonders geeignet ist die neue Vorrichtung für 20 %ige Lösungen von Diisobutylaluminiumhydrid (DIBAH) in Kohlenwasserstoffen. Für derartige Lösungen muß zur Erhaltung der Reduktionsfähigkeit völliger Abschluß von Luft gewährleistet sein. Die im medizinischen Bereich üblichen Durchstichflaschen kommen insbesondere für Lösungen von Aluminiumalkylverbindungen nicht in Betracht, weil Lösungsmittel, insbesondere aromatische Kohlenwasserstoffe, die Durchstichgummis anquellen und versprüden.

Der Zutritt von Luft oder Feuchtigkeit zu dem Flascheninhalt wird zunächst dadurch verhindert, daß die Bohrung des Stopfens verschlossen ist und erst bei der ersten Entnahme durchstoßen wird. Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung bildet die Flasche mit der dazugehörigen Entnahmeverrichtung ein geschlossenes Inertgas-Drucksystem, wobei das jeweils entnommene Flüssigkeitsvolumen durch das entsprechende Volumen Inertgas ersetzt wird. Dadurch wird das Eindringen von Luft während der Entnahme verhindert. Bei weiterer Lagerung gewährleisten der Stopfen und die Schraubkappe zusammen einen dichten Verschluß.

Die Arbeitsweise mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung geschieht etwa in der folgenden Weise:

- 1.) Das Transportgefäß wird geöffnet und die Flasche entnommen.
- 2.) Die Entnahmeverrichtung (Spritze und Nadel) wird bei 100 - 120° C getrocknet und mit trockenem Reinststickstoff gefüllt.
- 3.) Die Schraubkappe wird entfernt und die Injektionsnadel wird durch die Bohrung des Stopfens in die Flasche eingeführt. Hierbei wird die dünne

SCHERING AG  
Patentabteilung  
Dr. Wallis/Hn.

- 3 -

**Verschlußschicht am unteren Ende des Stopfens durchstoßen. Die Nadel wird so tief eingeführt, daß ihr oberes konisch auslaufendes Ende fest in die Stopfenbohrung gepreßt wird. Jetzt wird der Absperrhahn geöffnet und die in der Spritze befindliche Stickstoffmenge in die Flasche eingedrückt. Der hierdurch entstehende geringe Überdruck preßt nach Loslassen des Kolbens eine adäquate Menge der Flüssigkeit in den Spritzenzylinder. Gegebenenfalls wird dieser Vorgang unter Anwendung eines leichten Zuges auf den Kolben unterstützt. Nach dem Verschließen des Absperrhahnes wird die Injektionsnadel aus der Flasche herausgezogen und die Flasche wird unverzüglich mit der Schraubkappe fest verschlossen.**

- 4 -

ORIGINAL INSPECTED

109848/0970

Patentanspruch

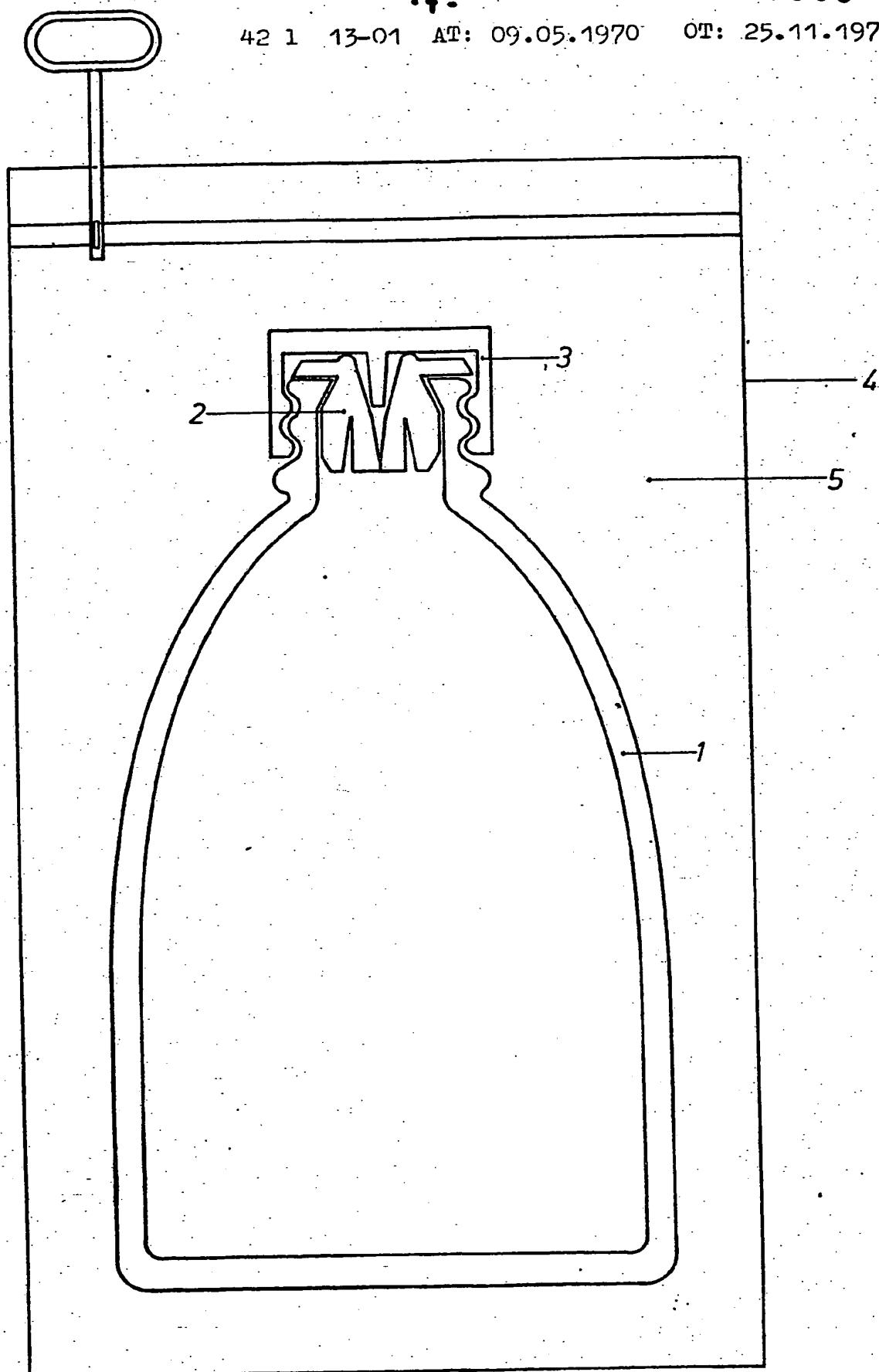
Gefäß mit Entnahmeverrichtung für luftempfindliche und/oder feuchtigkeitsempfindliche Flüssigkeiten, insbesondere für Lösungen von Aluminiumalkylverbindungen, bestehend aus

- I) dem eigentlichen Gefäß, welches besteht aus
  - a) einer Flasche (1), insbesondere einer Glasflasche, mit einer Verengung an der Öffnung,
  - b) einen in die Öffnung eingerasteten Stopfen aus Kunststoff (2), der eine konisch auslaufende Bohrung und eine dünne Verschlußschicht besitzt, welche bei der ersten Entnahme durchstoßen wird,
  - c) einer Schraubkappe (3),
  - d) einem verschließbaren, bruchsicheren Transportgefäß (4) mit geeignetem Füllmaterial (5) und
- II) der Entnahmeverrichtung, die besteht aus
  - a) einer Dreiringspritze (6) und
  - b) einer Injektionsnadel (7), die der konischen Stopfenbohrung und der Flaschenlänge angepaßt ist und die mit der Dreiringspritze verbunden ist durch
  - c) ein Verbindungsstück (8), das gegebenenfalls einen Absperrhahn (9) besitzt.

5  
Leerseite

2023395

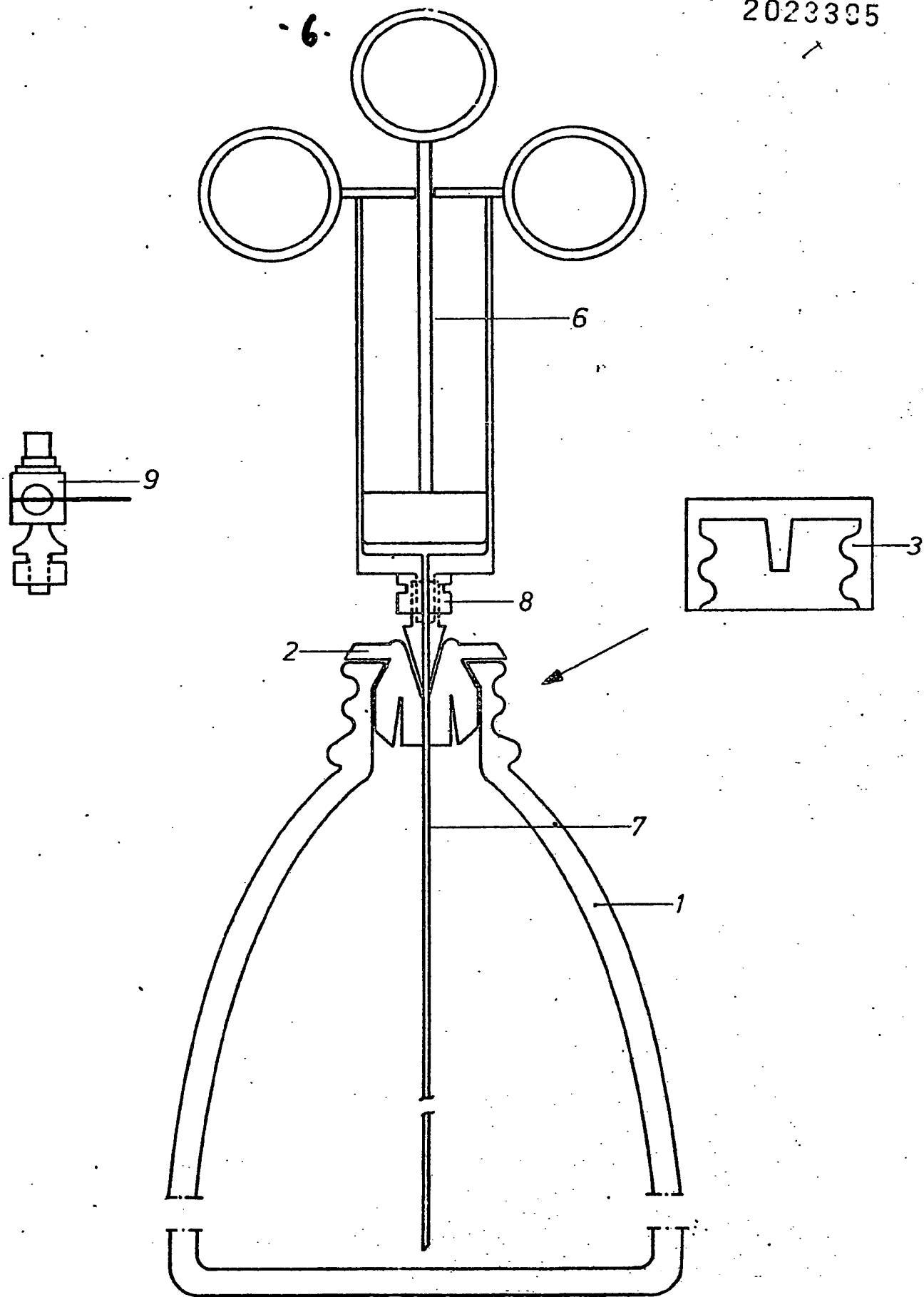
42 1 13-01 AT: 09.05.1970 OT: 25.11.1971



109848/0970

Figur 1

-A-  
2023395



109848/0970

ORIGINAL INSPECTED

Figur 2